# PATENT ABSTRACT OF JAPAN

(11) Publication No.: 07-502779

(43) Date of publication of application: 1995. 3. 23

(21) Application No.:

05-519891

(22) Date of filing:

1993. 5. 13

(54) Title: PROCESS FOR PRODUCING ORGANOPOLYSILOXANE RESIN

(57) Abstract

A process for producing organopolysiloxane resin is characterized by the following steps. In a first step, a silane having the formula (I): R3SiOR1, and/or its hydrolysate, and a silane having the formula (II): Si(OR2)4, and/or its partial hydrolysate, in which R, R1 and R2 have the meaning given in the first claim, as well as if required other organosilicic compounds, are reacted with water in the presence of acid, and the resulting alcohol is at least partially distilled. In a second step, the homogeneous reaction mass from the first step is reacted in the presence of bases and water-insoluble organic solvents, and the water and alcohols are removed by distillation. In a third step, the homogeneous reaction mass from the second step is neutralized with an acid, the possibly remaining water and alcohol are removed by distillation and the precipitated salt resulting from the neutralization is removed. If required, the homogeneous reaction mass from the third step is freed in a fourth step from the water-insoluble organic solvent.

(19)日本国特許庁 (JP)

# (12) 公表特許公報(A)

(11)特許出願公表番号

特表平7-502779

第3部門第3区分

(43)公表日 平成7年(1995) 3月23日

(51) Int CI.

識別記号 广内整理番号

C 0 8 G. 77/06

NUB 8319 4 J

重量电子模 东流花,我会

77/34 NUE 8319-4 J

審査請求 有 予備審查請求 有 (全 11 頁

(21)出願番号 特願平5÷519891

(86) (22) 出願日 平成5年(1993) 5月13日

(85) 翻訳文提出日 平成6年(1994)11月10日

(86)国際出願番号 PCT/EP93/01201

(87) 国際公開番号 WO 9 3 × 2 3 4 5 5

(87)国際公開日 平成 5年(1993)11月25日 。

(31) 優先権主張番号 P 4 2 1 6 1 3 9 8 8 -

(32) 優先日 1992年 5 月15日 (33) 優先権主張国 ハドイン (DE)・・・・

(81)指定国 EP(AT) BE, CH, DE,

DK, ES, FR, GB, GR, IE, IT, LU, M

C, NL, PT, SE), CA, JP, KR, RU, U

A. US

(71)出願人 ワツカーーケミー ゲゼルシャプト ミツ

トペシエレンクテル・ハフツング

ドイツ連邦共和国 D-81737 ミュンヘ

ン ハンスーザイデループラッツ 4・

(72)発明者・ヴァイトナー。 リヒャルト

ドイツ連邦共和国 D-8263 ブルクハウ

ゼン リントアッハー シュトラーセ69

(72)発明者 マウトナー, コンラート

ドイツ連邦共和国 D-8261 カストル

アイヒェンヴェーク 13

(72)発明者 ミュラー, ラインハルト

ドイツ連邦共和国 D-8263、ブルクハウ

ゼン カールーグロスーシュトラーセ12

(74)代理人 弁理士 矢野 敏雄 (外3名)

ASSESSED ASSESSED TO THE PROPERTY OF THE PARTY OF THE PAR

referal to phonomic of property in the

Arrist of Arist on a major thing of affecting in the second

· 大概中心教育工作公司、安全的教育、1000年代 中心中教育、大学教育学院工作工作。

(54) 【発明の名称】 オルガノポリシロギサン樹脂の製造方法

### (57) [更約]

オルガノポリシロキサン樹脂の製造方法において、第 1工程で式(i):R.STOR のシランおよびソまた はその加水分解物および式(II): Si (OR1),のシ ランおよび/またはその部分加水分解物、式中R、R お よびR<sup>2</sup>は請求項1に示した意味を有し、ならびに場合に よりさらに有機ケイ素化合物を水と酸の存在で反応さ せ、その際生じたアルコールを少なくとも一部留去し、 第2工程で第1工程で得られた均質の反応材料を塩基な らびに水に不溶性の有機溶剤の存在で反応させ水ならび にアルコールを蒸留により除去し、第3工程で第2工程 で得られた均質の反応材料を酸で中和し、場合によりな お存在している水およびアルコールを留去し、中和から 生じ、沈澱した塩を除去しならびに場合により第4工程 で第3工程で得られた均質の反応材料から水に不溶性の 有機溶剤を除去することを特徴とするオルガノポリシロー キサン樹脂の製造方法。

**与企业的工程的企业** 

# 特表平7-502779 (2)

# ・ 拍 ・束 の・ 粒、面

WILE C

多数公司·加州四周公司 2 1912 (1916年)

Production of Rissel O.R In the same of Ass

Rは同じかまたは異っていてもよくかつ1 価の有 機器を殴わしおよび

·良! は1 紙のアルキル甚を扱わす了の少なくとも 1 種のシランおよび/またはその加水分解版RoS IOSIRE

定: 事体の報(前)回過過 The Cook of the Co

-----(`IF')--

大型 化基础 计设计 计经工业公司 医多数线线

R型は同じがまだは異っていてもよくかつアルギ ・ル塩を支わす10の少なくとは1種のシランおよび/ またはその部分加水分解物

ならびは報告により、式(面) Rays ( To Red)

到來實施。 1985年

自住主要定位公司为办公司 医外面溶液化学

R3 は同じかまたは異うだいておよくかつ1面の 存板基を扱わしおよび

Rもは同じかまたは異っていてもよくかつアルモ ル花を安わす」のシランおよびその部分加水分解物

からなるグループから選ばれた有機ケイ素化合物 \*\* および式 (N') \*\*

(R 5 S 1 0)

京京水道は同心かはたは関っていてもよくか?1.何の 有機接を扱わしおよび Charles de France

、 b は3点 8の値で整数である」のオルガノ(ポリ ) シロキサン、ならびにぞれらの混合物、

を敵の存在で水と反応させ、その豚生じるアルコー ルを少なくとも一部留去し、

. ガ2工程で

一第二十五日で得られた均一の反応材料を塩洗ならび、 に少なくとも均定な反応状料を得るのに土めな量の。 水に不能性の脊髄溶剤の存在下で反応させかつ水な らびにアルコー水を再催により除去した。四年第一年 "加多工程"中不多是一次发生。 法保护证据报告

第2工程で得られた均一の反応株を敵で中和して 明合によりなお存在する水市はサアルコニルを開告 し、中和から生じた、沈麗した塩を除去しならびに 場合により第八工程では、

第3工程で再られた均質の反応状から水に不存性。 の有限溶剤を除去することを特徴とするオルガノボ

サショキザン開版の製造力性。これでは、

- 2: 第1工程で限を、張雷する前の第1工程の反応材 料10000 9 に対し、0.2~50 ミリモルの最でき …使用する抗水項1記載の方法。
- 3: 第1工程で月Cリを、器留する前の第1段階の反 . 佐村の全瓜県に対し、1-0-0-5-0 0 appの 既で使 用する情味項1または2記載の方法。
- 1. 第2工程で提供として、水酸化ナトリウム、水酸 1111化ガリウム、メチルアミン、土まれて言い、ジエデ ルアミンおよびペンジルトリメチルアンモニウムヒ ドロキシドからなるグループから選んだものを使用 する請求項目からるまでのいずれか1項記載の方法
  - 5. 水に不存性の有限溶剤としてトルエンまたはの。 n. pーキシレンを使用する調味項1から4までの いずれか1項記載の方法。
  - ヘキサメチルジシロキサンおよび/またはトリメ チルエトキシシロギサンを場合により1.3-ジビ ニルテトラメチルジシロギサンおよびノまたはビニ ルンメチルエトキシシランおよびテトラエトギシシ ランおよび/またはその部分加水分解物と混合して

第1工程で

水および蒸留前の気1工程の反応材料1.0000 に対し、敵 0、2~5.0ミリモルと混合し、反応材 料の沸とう温度および 9 0 0 および 1 1 0 0 hPaの

第2、工具工工设计的证。(4)(100万)证书的证书 第1工程で用られた均一の反応材料を、水酸化ナ 1、リカム、水酸化カリウムおよびメチルアニンから ガスグループから遠んだ、地族および水に不存性の 有機面削との存在で反応材料の湯とう異度有去で9 0.0 ままび1100hPaの間の圧力で反応させ、そ

全位的基本 一次的企业 计工工 ,如我们就是一个人。

第 2 工學看出主任公司第二章 第2工程で得られた均質の反応材料を設定中和し 調査により来るよびエタノールを完全に何ました び中和の唐生化、建設した塩を推測しならびに頃

ALTERNATION OF THE PROPERTY OF THE PARTY. 第3工程式程含4元 原达对本度需求国家中文项项

ルエトキシングンを集合により了きるニジャニル テトラメチルジシロキサンおよびとまたはビニルジ メテルエトキシシランおよびテトラエトキシシラン およびとまたはその部分加水分解物と混合して

、 水お生び、高田の前の第1工程の反応材の全重量 公に対して、H.C. 1: 1.0:0 = 5 0:0 pp と混合し、皮 , 成材料的第三分组度与上达9.00年上达1.100hp 1の間の圧力で反応させ、生じたエタノールの全流 ;に対し、生じたエクノールの均下の麻魚を留去し 

第1工程で限られた均質の反応材料を、水酸化ナ 、 小一片与女子,水酸化力贝女子要点吃大大块不足之动与 1、1、なる名水一方から選ばれた、塩毎村よび水に不溶性 3 の有機疾患ならなしルモンまたは老メレンの存在で 一层皮肤特の雕と方温度および9.00 的および1.1.0 0 · オニルを完全ないしば殆ど完全に開去して

マン 第2工程で得られた均質の反応材料をILC Lで中 こ和して水井よび場合によりエクノールを完全に留去 しおよび中和の際に生じ、沈渡した塩を練別しなら

为,**第4年度**7、人名英格兰克拉克 (1995年)

一定 第3 主程名得多れた反应材料を窒素雰囲気中で限 三、類数規定者、雄求項1次自日主でのいまれか1項目 オルガノギリシロキサン目前の製造方

本雅明はションおよび/またほその(部分)加水分 解物の加水分解および組合によるオルガノポリショキ サン問胎の製造方法ならびにその使用に関する。

オルガノポリシロキサジ借脂の製造方法はすでに公 知である。 例えばヨーロッパ特許公開第195936 号明観春(東レインリコン株式全年:1986年10 月1日発行)には、スルキルシリケートを1官推備の シランで加水分解することによるいわゆるMQ間扇の 製造方法が記載されているか、その既反応混合物は塩 化水素少なくとも5.重量%を含有しアルキルシリケー 上を最終成分として扱やかに施加する。さらにヨーロ、 会話:1988年12月7日発行)には、敬英を含有 する酸での酸性加水分解によるM:Qの高比率を有す るMQ開脂の製造方法が記載されている。ョ 特許公開第345534号明細書(東レイシリコン株 或鱼种工具 9 8 9年 1 2月 1 3 月 11 行 1 7 位、加水分 解および引き挟いての傾合により製造されるクロロメ チル在含真のオルガラポリシロキサンが記載され、そ の原施合の前に加水分解で得られるオルガンボリシロ キサンを他の成分の相分離により分離している。

・ シスク特許 単4・605・446 集明 柳井 美明四ペインド 株式全社:1986年8月12日発行)では上水戸年 1、12、14、基のないシロキサン関脈の製造方法が記載されて おいて、モニではて化土ルシルケーと有よびらりてルコ キシシランを水、虹酸および水に可信の液剤の存在で 加水分解し引き続いて塩基の番加により格合きせる。 产与后海州管理黄港界民主共3826.9.7二,00是高有本 ☆ 5 万 ツ 特 新 東原 G Facker → Cheste - Cabil → 1. 9. 9. 1. 年上0月1日山原)、ではシランないしはその部分的加 1. 水分級物の政性如水分解、塩基性吸起理疗上び引き税 いての水での北野による木水ガネボ県と見まりとの型 三竜左左が記載されている。 

ルードゥで本課題は、おルガノボリンロ主要と関照をm 用在方法市、良民に再生座できかつ商い空時収率で製 遊することができる製造方法を提供することであっ

サッ本発明の対象は、オルガノボッショナナン出版の製 。· 東方港次或收入城方在14年17年22

取上工程で

**工式中,**从表示。2013年1

Rは同じかまたは奥っていたもよくかつ1回の前題 甚を表わし、

R. は1種のアルキル基を表わず1の少なくとも1

京県2. 其原語か書をは異点で於て善去くかってルキル。 芸芸なおましのとなくともも見のとうとだとなくまた **以下**9 新分加水分解物。

在50年期會日本5点素(用)。

aは1または2であり、

尺見は同じかまだは異っていてもよ 性帯を書わしままび

。 東京 は同じかまた仕事 P ていてもよくかつアルキル 茂を扱わず」のシランおはびとまたはその部分加水分 解物がらなるグループから選ばれた有機ケイ素化合物

市上び式 CWO

(R. 5 2 S i O)

R5 は同じがまたは違っていても

bは3-8の位で整数、有利にほるまたは5である

特表平7-502779 (4)

を敵の存在で水と反応させ、その際生じる

第2工程で

第1工程で目られた均一の反応材料を塩品ならびに 少なくとも均性な反応材料を作るために干分な肌の、 水に不溶性の有限溶剤の存在下に反応させかつ水なら びにオルコールを落留により除去し、「ニュード 第3工程 2000年 1000年 1

第2工程で得られた均質の反応材料を酸で中和し、 明合によりなお存在する米およびアルココルを留去し 東和から生じ、比較した塩を除去し、かつ場合によ りか4工程で

かる子母であられた均一の反応材料から水に不存性. の有限的刑を除去するごとを特徴とする。

据 R. R. 与上达 R. 任老礼之和重信如亚广有利 C 1~18個の設業原子を有する1個の民化水業法で

BR R BECR のための例としては、それぞ 我互比独立にアルキル在、例えばメチル技、エチル技 n-子書をお食い学びとラ目をお食り n-子子ル語 上子子花在了一个子子花在了出上大多子的世。 スンデル技、京子県スンデル技、生ニスマテル 在了大学之此我、 前定日日二大学与先指以大子学 N 在 朝元世 1 一人子子,北西丁子子,在西门朝元世的一十 クチル医者よびイソーネクテル医、例えば2.2.4

ニトリンチルベンチルは、ノニルは、例えばガーノニ ル 益、デシル数、例えばカーデジル茲、ドデシル茲、 耐えば n ードデジルは、オグラデシルは、耐えば n オッタデシル基:アルケニルは、例えばビニルは、ア 京北華、「出土ち」でませった事、4年ビニルラクロ人 キシル共およびる一ノルボルネジでルまりシクロアル ギルな 三向をぼうり ロペンチルは、ジクロペキシル法 4 コエチルジケイペキシル基。シケロペプチル基、 2. 2. 4 ドリメチルベジチルは、アニルは、例え ほんエノニルは、デンルは、勇元は中国デジルな、ド テジル接き倒えばカードデジル接くオググデジル接く 例えばカニオクタテンル法ュアルケニル法、例えばビ ニルカンテアルをごうべちニペデゼニルはシュービニ ルシクロヘキシル番および31一ノルボルネジイルは: シケロデルギル書、例えばシケロペンチル族、シクロ スキシル芸、オーエチルンプロペキシル芸、ジクロヘ プテルなくアルボルネシイル選がよびメチルシクロへ キシル井:ブリール井、内えばフェニルは、ヒフェニ ルイルな、ナフチル益およびアントリル無およびフェ 子少不可须描入分形力是一几指、例文试的2 m, p. -トリル在の年シリルはおよびエチルフ呈三ルは:アラ ルキル芸、例えばベンジル芸、白およびB一フェニル エチルなが挙げられる。

遊R、R \* またはR \* としての直換炭化水素症のた 必の例は、それぞれ互に独立にパロゲン化設化水器。

例えばケロロメチル法、3 - クロロプロビル提 3-19フルオロプロピ プロムプロビル技、3.3.3. ルகおよび5、5、5、4、4、3、3、4ペプタフ ルオロベンチル法、ならびにクロロフェニル法、ツグ e ロフェニルをおよび下リフルオロドリル佐子タルカ テトアルギルは、例えば2ータルカフトエチルなおよ 证金三文元为子子学品已见去了要亲了子和辛取我、例 えばユーシアノエチル版およびるニジアグラロビルは シアンルオキシアルギルは、例えば3 二ブラリルオキ シプロビル技および3 ニックタリルオキシプロビル技 :アミノアルキルボ、関えは3-アミノブロビル基、 N- (2-ブミノエチル) -3-アミノプロビル語お ステルス・プロセルは、アミンデカールはこ例をはっ 至少与蓝三元在 上午日午 5 元年 万年 万县 四京 伏上下 古事ラブロビルあおよび式に

BR、RP 台上UR ALL ENENEL MELME 育利にはメチル基料はひに三ル番である。

HRI ROBLUR + ENTEMELLE LER

R 3 および R 5 に対しなけたアルキル茲に対 **表表点**的 化二醇化物 1000

利には1~4個の炭素原子を育するアルギル茲である 

この食利にはメチルなおよびエチル族である。

大利には本発明による方程においては、RT AR® · 在古代世界生活同比古的左要的才是或(『》、《日》 ~ のシラン名まび場合により (m) ないじぞれらの (m (分) 而未分解物名使用于否。

本発明による方法で一般式(正)お妻び(重)のシ ンの能分面水分解物を使用する場合は、それぞれ1 言圖呈示の矢下葉原子を音楽るものな物が有利である

本龍明による方法で使用する式(1)のシランない 一心はその毎天分解物、テなおちシッラッに対する例と してはトリメモルエドキシシラス、ビニルジメチルエ トキジシラン、ヘキサノテルクシロギザシスで、3ー ェニルテトラメチルジシロキサン、1:3-ビス イアリルリテトラメチルラシロキザン、1133-9日 ニルテトラメチルシロキサンで、その膜へキサメチル ラシロキサシおよび113半シヒニルテドラメチルシ ロキサンが特に有利である。

未発明による方法で使用する式(竹)のシランに対

まる例としてはデドラストキシンタン、テトラエーキシンランおよびデトラーロープロポキシンランで、そ の際ティブエルギシンランおよびその部分加水分解物 が特に前手である。

·····冰雅明证よ为方法で明合证は自使用意れる式(EP) ・ロシランに対する例としてはメチルトリメトキシシラ シンピニルチリンナルシシランシ 3 パメルカプナプロ セルキリストキャンランと3 デクロルプロピルトリメ 日本中央シラヴェウェニルトリメトキシシラン、o. in ロートリルトリストキシャラン、プロピルトリメト キシシランは メチルトリエトキシッラン、ビニルトリ エトキシシラン、ヨーメルカプトプロピルトルエルキ シンラン、スークロロプロピルトリエドキシンラン、 3.一てミノブロビルを以上、大キシンラン、Nー(2: (京三大王がル) - 3千万三人プロビルトリストギンジ \*ラン・N - (2 - アミノエチル) - 3 - アミノブロビ ルジストキジシランへの一、(2-アミノエチル)ー3 ニースミムー(12)一人たん) 一本の日本の人ともシメチ かれシスントフェニルトリエト我ランデン、ロルカー ートリルトリエトキシをランジオ兄になりなりキシ 生产 天文的 从题开ル 名工 卜夫 名名云名 枝基环 中文于 ルジ (ストキシシランでしその服メチルトリメトキシシ 以上上来チルト 男子トキシシランと フェニルトリモキキシ 在国外更多是点证明的自由市民 思想上 史表上朱色名意名教上 \*\*\* はプロビルトリエトキシシランが有利に使用される。

式(皿)のシランないじはその部分加水分解物ならびに式(N)のオルガノ(ポリ)シロキサンの使用は本発明による方法の既は資利ではない。

本地町による方法の第1工程では有利には式(1.)のシランおよび/また住その加水分解物、特にRがメチル産またはビニル基であるもの、および式(I)ののシランおよび/またはその加水分解物がらなる混合物を、Siー単位に対し、有利には0.5~1~1.5:
1、特に有利には0.6:1~1:1のモル比で使用する、その原式(I)中のR\*は式(I)中のR\*と

本発明による方法において、第1工程では式(1) のシランおよびノまたはその加水分解物、式(II)の シランおよび/またはその無分加水分解物ならびに現 合により式(II)のオルガノケイ素化合物および/ま

をはその概分順水分解物法たは(D)からなる混合物 に水および肢を加えて混合する。

・ この株本の明による方法の第1段時では水を、その ・ こと高額的の取り工程の反応情報の企業をはし、有 ・ 利には5~20元券が、核に存利には8~18元券が おめ、東で使用する。

本発明による方法の第1工程で使用する酸工は、またこれまでとうとのアルコキシ派との加水分類のため に使用したと何じ酸でよい。この母の酸の例としては 無機像、例えば自Cl、HClQ、H2SQ、および明まPQ、 育機酸、例えば降酸、半酸、プロピオン酸、ロールルエンスルホン酸、メクンスルホン酸、ドデジルベンゼンスルホン酸で、よの異様。Cl、ボデシルベンゼンスルホン酸が有利ではCl、は特に有利に使用される。

、均一な反応材料を通成するためには本発明による方法の無し段階で改を、それを北震電前の乗1段階の反応材の1000ヶに対し、在利には0.2~505 リモル、特に作用には2.5~15 リモルの最で使用する。それまり高い設定はでは、内には2.5~15 以モルの最に反応材料の均一性を適応することはできない。例えば放生して特に有利な用で15 と、使用の格は、深刻前の第1 正程の反応的の全面過控列と、100~5500 ppiの複更初回は有利であるとして製造された。25 に、12 および R®の

上面以上が塩基性の産業を有する有級基を扱わず場合は、 なお追加してこの基を中和するに必要な酸の量を
加えなければならない。

本義明による方法の第1工程で加水分解の限生しる
アルコールを加水分解中または後で、特に後で全部または一郎商去する。アルコールの国領ないしは使用した水の黄に応して基質度は一定の量の水を含著してもよい。作利には塩ブルコールは加水分解の後、反応材料が均っに残るような程度で電去する。

特に有利には、生じたアルコールの全面度に対し、 50~90重量%のアルコールを高度により算法する

本港町による方法の第十工屋を育利に位20℃。反応材の熱とう温度までの温度で、特に育利には皮膚材料の熱とう温度、および育利には900岩上び1100,880両の圧力で行う。

未飛明による方法の羽1工程は有利には30.5から5時間、特に有利には1一3時間の後に終了させる。本発明による方法の第1工程の終了後二塩法を少りなくとも塩基性反応材料を選成に必要である。度で、場合により別の物質ならびに水に不治性の有機溶剤を加える。その原使用したそれぞれの电器に形して一般に、変型間の第2工程の反応物の全重量に対して、0.0。14.00。14.00。14.00。

有利には9、0~1.2、0の範囲にあるように重接を加

近歩としては未発明による方法の第2段階では、またこれまでも接合反応の際の歴録として使用した。すべての鬼法を使用することができる。

水に不溶性の有機溶剤の概定とは以下において窒息 および周囲雰囲気の圧力で水と最大1。/ (までの低 で混乱し切る溶剤と解すべきである。

水に不存性の直接作剤に対する例は使化水素、例え はペンタン、n - ペギサン、シケロニペギサン、ペン ゼン、トルエンおよびの、m、p - キシレンで、その 展示ルエンも上げってA、ローエンレンが特に有利で エネ

本発明による方法の第2工程で使用される水に不存 他の有機溶剤は、均質な反応材料を得るために充分で あるような機で使用するこその際、そのつとの疾症 用 の第2工程の反応材料の全元流に対して 資利には 50 度危別まで、特に有利には 4.0 重元 58までの水に不溶 性の対視溶剤の原を使用すると特に第1工程でアルコ ールおよび場合により外を留去した容量部の水に不溶 性の有機溶剤を加える。

本原明による方法の第2工程で行う護司の際には、 反応組合物に合行される水ならびに政治アルコールを 完全にないしは用と完全に別去し、その原明合により 水に不溶性の有機溶剤も一緒に留去する。

本意味におる方法の第2工具で日づ無菌は有利には 度甚至加の後値に始める。 塩素のはアルコキン抜および/まだはヒドロキン技术含のオルガノボリシロキサン間能ないしは圧壌アルコギンおよび/またはヒドロギン拡合音車を有ずるオルガノボリシロキザン間隔を 遠成するために必要である。

第1工程の酸性反応材料に第2工程で塩金を添加する際に優かな量で度が生成するが、これは第2工程での変面の後に洗剤させることができる。しかし木艶明の作内では場合によう洗剤する塩は第2工程での均質な反応分析の酸金に関して、無視して四くべきである。

本発明による方法の第2工程は有利には反応材料の ほどう温度および900 および1100 hPaの間の任

本発明による方法のいる工程は有利には 0 5 から 5 時間 特に有利には 1 からる時間の後に誘措させる

本地明による方法の第2工程の終了の後期3工程 で該均一の反応混合物を設で申和し、場合によりなお 存在する水もよびアルコールを記去した頭した頃を除 まれる。

中旬するために放としては第1工程で挙げたすべての取が適割るが、その所有利に任第1工程と同じ版を使用する。

本発明による方法の第3下程での中和のために無水の底を使用するおよび第2工程における間去が水に関して完全であった明合には、第3工程における間去を 数要することができ、その原中和で生成した単は直に 沈優する。 上次いで放送器した塩を育利には反応能合物の課題に より除去することができる。

本範明による方法の数字工程の数字供を整明により 製造された、水に不存性の有機移列を含有する木ルガ シネッション・デンリ関節がら明台により知り工程で水に 不溶性の、有機溶剤を輸去する。このごとは有利には 現存破壊により行う。

名の原政権を現住有利には不満性力を、例えば宣素のも近に行う。人口単正性をおぞれの使用した水に不溶性の有限溶剤により有利には 50~200での間にある。 よび排出温度は有利には 50~200での間にある。 その廃止水に不溶性の有限溶剤を再び再生することが

\* 発明による方法の有利な契急症様によればヘキサンチャンションを明白により1、3 ニジビニルテトランチャンションを明白により1、3 ニジビニルテトランチャンションはよびテルランキャンションをよびテルランキャンションをよびアナー

水岩上で、裏部前の第15工程の反応材料11010000 に対し、0.2年50ミリモルの酸と無常しに反応材 の書と子型版岩上で900年上で1100円和3の間の 正分で反応を定生とたエクリールを留宝した。 第21日で 頭1 工程で明られた均二 な反応材料を、水酸化チトリウム、水酸化カリウム 与上びメモルア 5 ンからなる グルーズが 5 速 かた 塩 花 おま び 米に不治 性の 有機 治剤 ご動に トルエンまた は キンレンの存在で、反応 材料の 夢とう 温度 および 9.0 の 本よび 1 10 0 b Paの間の E カ て 反応 きせ 、その 版水ならび に エ タノール を完全な いしは 活 ど完全に 節 まし、

第3工程如子子引起的人一个

第2五度で再られた均質の反応材料を設定申和し、 以場合により水お子びエクノールを完全に回去し中和の 、際に生じ、社政した塩を減弱しならびに掲合により 、資本工程で

新名工程で得られた仮応林特を商業事類知史に順構 乾燥する。

水 および、 日 去前の 取 1 工 程の 反応 核料の全連機 に対し 1 で 1 1 0 0 から 5 0 0 ppm と混合した。反応 材料 の 流と 5 変質 お まび 9 0 0 および 1 1 0 0 0 pm Pm の 回の ロ の と で 反応 と 世 および、生 ひる エ ダノールの 全価に対

し、生じたエタノールの約7.0重量%を留去し、 第2工程で

第1工程を再られた均一の反応材料を、水産化ナト リウム、水酸化カリスともまびメチルア・シからなる。 グルーズから遅をな塩医、水に不溶性の有機を利をし てのトルエンまたはキンレンの存在で反応材の終とう 悪際および900数点び1100m円の関の圧力で反 成をは、その販水な点でにそ2ノールを完全にないし は特と完全に関チレ

. 第:3-工:程.で

第2工程で得られた与三の反応材を出 C 1 で中部し、水丸上を用合によりエクノマルを完全に留差しおよ び中部の際に生じ、拡張した塩を機関しならでに場合

第4工程で

第3、主程で用られた。反応材料を選業雰囲気中で頭を

・ 本発明による方法の際に第4工程を行在わない場合 は、オルガノポリシウキサン財品は適時水に不溶性の ※有限溶剤との混合物でいわゆる併析液晶物として洗機 まする。

表施明によるホルガンボリシュキサン開店は平均分 予設年利には5.0.0~1.0.0.0 の/モルを有し、平 当りしてスルコキシル基はないかまたは、4宮能価のS - Lukin (S-1.0.4)。)に対して、最高で6モルパーセ

ントまで、ヒドロギン族はないか、または、大地ガン ※ボリンロギサン関係の金融所に対し及為0、5 取業等 を存する。本種明による本地ガンボリシロギサン関係 なは少なくとも一郎は、しかし育利には完全に、強火の 受利心ガスポリンロモサンに可能である。

本物明による力法は、それが変態に研めて明明であり、運動で為は再項できかわ高い空間と時間収率を与 まな利益がある。使用した水に不容性の有限指測なら がに対応によったは簡単な方法が再生することができる。 さらに利益は、本発明による方法の原は成ぐ被相分 性を行なわないのでそれによっての収率損失がないこ とにある。

り上で変化を中もよび低い酸温度に基づいて低分子 関重対分の大に優かの破分を向する関ルが生じる。

・ 未無明に生活対策に生式は高い極度でアルコキシ基 およびシ生素相上ボロ洋シ港のないもしくはアルコキ シ基お上近の音法は上ボロギシ番の曲含有単のオルガ メポリシロ生サン財産が得られる。これは高い保存性 を行じ高い保存性を任する北成物にさらに加工するの になぐれる。従って本発明による併職から政策発揮に よりすぐれた物味を製造することができる。

オルガノボリンロキサン的素の製造のために第4工 建で行われる喧嚣医療を有する本質明による方法は、 経出胎が理器医療においても変化することをくかつ内 られた的深は高い溶液運動学の系数を持って生じる利 点がある。その上本発明によるオルガノボリンロギサ ン関脈が末は、それが長質的に作業溶剤がなく生じ取 好な保存性を育する利息がある。

本理明によるオルガノ津リシロキサン供順が表は平 均域子大きさ食利には1~5000mを育する。本発 側によるオルガノポリシロキサン財配別末は少なくと も一回は、育利には完全に、オルガノポリシロキサン および登週に食機溶剤に可格である。有機溶剤、例え にレルエン スキサンおよびストランドを プランに本発明によるオルガノポリシロキカン 様にあるオルガノポリシロキカン 様にあるオルガノポリシロキカン 様にあるオーカール、例えば メタノールにはただ一切溶解するに するなか。

表発明によるオルガノポリシロギサン樹脂は、またこれまでのボルガノポリシロギサン樹脂を使用できるす。での使用に通している。こうして本発明によるオルガナポリンロを乗りとはま物液を上げオルガナポリンロを乗りという。

ガノボリンロギザン出版財 末を何えば気治安定制として、神色が、ドナー、ランカーおよび他の関係系、四足は推設性材への密度前として使用することができる。しかしまたこれらは算水性両分泌ケイ酸の代のに合成財産、特にシリゴンゴムに対ける発度材として使用することができる。

以下に統へ例ではすっての数値は、他に何ら指示のない限り、最後での部科上の知に関する。他に指示かない限りは以下に続く例は周囲が発出まるを他に指示かない。 およい 異温ですがわちめ 2.0 でないしは、通知して加熱を定は発知することなく 選 こうでは ので こう こう に 強いる もので ある。

est 1

4.0%のSiO2 成分を有するテトラエトキシシラシ900% (Vacker-Cheale Gabil、ミュンペンからTES40として市販) およびペギサメデルツシロキサン3.6.5%に水210%および20%の埋放1.9%を加大運ビ73でで2.5時間の間頭流のも差切点した。引き除いて1時間以内に、蒸留物480%を採取した。得られた蒸留物は水10%はよびエグメール9.0%を含有していた。次いでその均一な反応混合物をトルエン557%およびNaOH25%水溶液4%と混合し個現性成分457%を前去した。明られた蒸

留物性子クタールもで発わった書見がにおよび見ルエン15%になっていた。引き様な古もの均一な反応度一会物を20%の理酸2紅で电和しば難成分121。を一部主した。この意図物はエグノール3%、水0、1%的おばけトルエン96:0%を合作していた。完全に北級した現化ナトリウムを次いの制測した。

4 官能価のS | 単位 (S | O i/2 ) に関しては該州 船はN M 取割症に注抗は設置エナキシ含有中5 定ル 96 を有する。

そのゲルクルマキグラフィーグラフは低分子配分 1-7 5 %:(格性液量: 1 5 1 1 1) 中間分子窓 9 4 3 2 % (各性液量: 1 2 7 1) の成分を有する 9 分子 環郷 分を示した。

出席権権をからは富素原施での関係を以により平均 位子大きた2.0 μmを存する出版材表が生した(導入 配成:16.0 %、作出温度:1,3.0 ℃)。

この開脈が末は背通の有機解析、例えばドルエンお よびキンロン、およびシロキサンで完全に可能である

トルニンのこの約末の50%商政は居収3.8 \*\*\* / s 起よび 0.11 な 作中 0.2 4.36 を 1寸 3.8 \*\*\* よるメルガンボ リンロギサン 関格はこうして 収壊 工程 によっても変化 しなかった。

次いで均一の反応混合物をサルエン56119 おまび メデルフェン40%の水溶液も、4。产混合し類類底 第643。を留ました。再られた薄面物は水24%、 エタノール36%およびドルエン40%を含質してい た。次いで均一の反応混合物を50%のパラトルエン スルボン酸のエタノール溶液で中和じ完全に次頭した 異を複劇した。

こうして根据分 8.0、0 重量素 お手が信収 2.5 3・・2 ノ s ミオナるトルエンの中性オルガノボリンロギサン 開筋溶液 9 3 9 9 (理論値の 9 8 %) を得た。

・ 連貫通業権物は遅れての記載に相当してトルエンを まびジャキサンに完全に河路の場前効果に刑害を無す ることができるよう。

次いでも一々反応配合物をトルエン56.19年よび N. 10円的-2.5%水溶放4.19と混合し揮発成分54.9 19を留法北大計用がれた機関物は水28.55、エクソー ル4.2% 事法セイルエン30%を含ましていた。次、 で協用一の反応混合物を250%の塩酸水用成2:1・1 でも和し、複雑性破分63.9を資本し完全に必要した

## 特表平7-502779 (9)

塩を砂削した。近日られた成留的は水 050 2.%、エ クバール 0.4.% およびトルエン 9.9.5.8 火を合宜し でいた。

ごう して国体を育事行 9 35 8年 まび始 度 2 2 8 4 2 / 5 を有するトルエンの中性の オルガノポリシロギサ ジ出版度後 9 4 5 g (理論の 9 8 %) を得た。

4 存施版のSi外放(SiO4/2)に関してはNM R別定によれば終用期は設備エトキシ合有項4.0 モ ル % を有する。

、 該組制温格物をトルエンで開始分50%に特权する ときは、 できた確確は特度3、0 \*\*2 / 5 およびO.H 含育率0、19%を育していた。

ゲルクロマトグラフィーグラフはほ分子間分20 1. % (商額政庫: 1.5.1 \*()、中間分子間分44.8 % (商額政庫: 1.3.9 \*1) および両分子部分35.1 % (商額政重: 1.2.7 \*1) の成分を育する3分子庫 部分を示した。

旅 財 脂 液 緒 称 を 四 1 ま で の 記 数 に 相当 して トルエン および シロキサンに 完全に 可 溶の 間 脂 粉 末 に 頃 霧 乾 躁 することができる。

### 比.较 例. 1

405のSIO2 成分を育するテトラエトキシシラン900 のまよびヘキサメチルジシロキサン365 gに水21:0 gおよび20% 塩酸1:0 gを加え78での温度で2.5 時間の間辺波の下に加熱した。引き枝

かで毎年一の反応配合物をNaOffの25%水格底4 すと配合した。約200ヶの揮発性成分を分配した後 は反応配合物の特にはかなり増加し、ボルガノボリシ ロキサン開版は此級し並反応配合物は不均一になった

### 比较侧2:

40%のS10。成分を有するテトラエトキシシラン900のおよびヘモサメチルスシロキサン3.65。 に水210でおよび20%の塩酸1.9。を加え2.5 時間の間型流で加熱した。引き続いて1時間以内に露 留物48.0。を規以した。

次いで均一な反応配合物をトルエン5579および NaOHの25%水溶液49と配合し環域の下2時間 加熱した。引き焼いて均一体反応配合物を20%の塩 酸24で中和し、淡いで増発性成分5780全留去し 開脂溶液からは適により完全に沈緩した埋化ナトリウ ムを除去した。

庭園指標館物をドルエンで509%の視点のに登録すれば、できた存放は特度3.67 \*\*\* / まおよびの中 ま有事の.78%を有する。

ゲルグロマトグラフィーグラブは側1からの3つの 特長ある分子最高分を示さなかった。

桔 ぼ 桔 医 桔 医 焙 度

及 後 2日後 18日後

生成物 A 6820 \*\*\* \*\* 2/5 8785 \*\* \*\* 2/5
生成物 B 1358 \*\* 3/5 1358 \*\* 3/5

例1は、生成物人が生成物Bよりも明確に高い結成 および使かな結び安定性を育していることを示す。

## 比较图3

4.0 %の S 1.0 。成分を有するデトラエトキシックン 9 0 0 0 。 ペキサソチルジシロキサン 3 0 0 。 9 お上び 1 : 3 - ジビニルデトラメチルジシロキサン 4 7 。 に水 3 0 。 および 2 0 %の 胚 6 6 。 を加え 2 : 5 時間の 間理 流で 加熱した。 次いで 黄不貞一 反応 施合 7 次性 目から 盲 便 程を分離した。 次いで 黄 有機 相 に N 3 O 引 2 5 %の 水 経 液 4 。 を加え 水 封 は びエクノールを 完全に降去する ため 1 1 0 での 復辞によい 配度 まで 物強性

成分を留主した。それから反応配合物を20%の塩酸
2、1分で中和し引き扱いて、トルエンでの80%の
開脂分になるように揮発性成分を耐去した。次いで再られた開脂溶液から預別により完全に放棄した損化サーリウムを除去した。

面析指荷被は法理302 \*\*\* / 3を有する。 計官能 価の5 に単位 (S. ) O \*/\*3) に関してはNMR 別志に よれば抜用物は残却エトキン会有単4モル名を有する

道書館書館物をトルエンで開頭分50%に遊放すれば、できた音道は結成3:14mm<sup>2</sup> × 5 転上の0.日台 育中0.25%を有する。

ゲルクロマドグラフィーケラフは延労子面分38.8%( (溶解液量: 15.1xi): 中間分子配分38.8%( 溶解液量: 13.9xi) および高分子面分25.2%( 溶解液量: 12.7xi) の成分を有する3分子量部分 を示した。